WATER-REPELLENT/CORPOSITION AND ITS **PRODUCTION**

Patent Number:

JP6017034

Publication date:

1994-01-25

Inventor(s):

ITO KATSUJI; others: 01

Applicant(s)::

ASAHI GLASS CO LTD

Requested Patent:

■ JP6017034

Application Number: JP19920200679 19920703

Priority Number(s):

IPC Classification:

C09K3/18; B01J13/00; C08L33/14; C08L71/02; D06M13/165; D06M15/277

EC Classification:

Equivalents:

Abstract

PURPOSE: To obtain a water-repellent/oil-repellent composition of an aqueous dispersion type safe from inflammation and environmental pollution and excellent in emulsion stability by emulsifying a polyfluoroalkylated polymer in a specified aqueous medium.

CONSTITUTION: The composition is prepared by emulsifying a polyfluoroalkylated polymer [e.g. a polymer obtained by copolymerizing CH2= CHCOOCH2CH2CkF2k+1 (wherein k is 5-11 and is 8 on the average) with N- methylolacrylamide] in an aqueous medium containing at least one water-soluble organic solvent selected from among glycol ethers (e.g. dipropylene glycol monomethyl ether).

Data supplied from the esp@cenet database - 12

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-17034

(43)公開日 平成6年(1994)1月25日

(51)Int.Cl.* C09K 3/18 識別記号

厅内整理番号

FΙ

技術表示箇所

102 103

8318-4H 8318-4H

B 0 1 J 13/00

6345-4G

D 0 6 M 15/ 277

13/ 18

審査請求 未請求 請求項の数 6(全 7 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号

(22)出願日

特頌平4-200679

平成4年(1992)7月3日

(71)出颇人 000000044

旭硝子株式会社

東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

伊藤 勝治 (72)発明者

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地

旭硝子株式会社中央研究所内

(72) 発明者 鎌田 俊

神奈川県横浜市神奈川区羽沢町1150番地

旭硝子株式会社中央研究所内

(74)代理人 弁理士 泉名 謙治

(54)【発明の名称】 撥水撥油剤組成物およびその製造方法

(57)【契約】

【目的】有機溶媒を使用しても引火点が高く、しかも乳 化安定性が高く撥水撥油性能も優れた水系の撥水撥油剤 組成物を提供する。

【構成】グリコールエーテル系溶媒から選ばれた少なく とも1種の水溶性有機溶媒を含有する水系媒体中にポリ フルオロアルキル基含有ポリマーが乳化分散されてなる 撥水撥汕剤組成物。



【特許割求の範囲】

【請求項1】ポリフルオロアルキル基含有ポリマーが、 グリコールエーテル系溶媒から選ばれた少なくとも1種 の水溶性有機溶媒を含有する水系媒体中に乳化分散され てなる撥水撥油剤組成物。

【請求項2】グリコールエーテル系溶媒が、エチレング リコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコ ールおよびポリプロピレングリコールから選ばれたグリ コールのモノアルキルエーテル、ジアルキルエーテル、 あるいはモノアルキルエーテルモノアシルエステルであ る、請求項1の組成物。

【請求項3】ポリフルオロアルキル基含有モノマーをあ るいはそれと共重合性コモノマーとをグリコールエーテ ル系溶媒から選ばれた少なくとも1種の水溶性有機溶媒 を含有する水系媒体中で乳化重合することを特徴とする ポリフルオロアルキル基含有ポリマーが水系媒体中に乳 化分散されてなる撥水撥油剤組成物の製造方法。

【請求項4】グリコールエーテル系溶媒が、エチレング リコール、ポリエチレングリコール、プロピレングリコ ールおよびポリプロピレングリコールから選ばれたグリ コールのモノアルキルエーテル、ジアルキルエーテル、 あるいはモノアルキルエーテルモノアシルエステルであ る、請求項3の製造方法。

【請求項5】グリコールエーテル系溶媒が、エチレング リコール、ジエチレングリコール、プロピレングリコー ルおよびジプロピレングリコールから選ばれたグリコー ルのモノメチルエーテル、モノエチルエーテル、ジメチ ルエーテル、ジエチルエーテル、モノメチルエーテルモ ノアセチルエステル、モノエチルエーテルモノアセチル エステルである、請求項4の製造方法。

【讃求項6】ポリフルオロアルキル基含有モノマーが、 ポリフルオロアルキル基含有のアクリレートあるいはメ タクリレートである、請求項3の製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、ポリフルオロアルキル 基含有ポリマーが特定のグリコールエーテル系の水溶性 有機溶媒を含有する水系媒体中に乳化分散されてなる撥 水扱油剤組成物、およびその製造方法に関する。

[0002]

【従来の技術】ポリフルオロアルキル基含有ポリマーは 撥水撥油剤として従来より種々知られている。この撥水 撥油剤は、水性分散液、有機溶媒溶液、あるいは有機溶 媒分散液の形態で使用されているが、火災や作業環境汚 染の問題から水性分散液で使用することが望ましい。水 性分散液は、水系媒体中でポリフルオロアルキル基合有 モノマーを頂合する方法によって水性の乳濁液として直 接得られる。しかしこの方法によって得られた水性分散 液は安定性が低く、このため一般に分散性を向上する目 的で有機溶媒が併用される。

100031

【発明が解決しようとする課題】従来、かかる有機溶媒 としてはポリフルオロアルキル払含有ポリマーとの相溶 性の問題から、アセトンのような比較的低沸点の有機溶 媒を使わざるを得ず、引火の恐れや環境汚染の心配があ った。本発明者等は先に必ずしも低沸点溶媒でなくと も、飽和多価アルコールのような有機溶媒を使用すれ は、乳化重合も可能であり、しかも安定な水性分散液が 得られることを見いだしている (特別昭60-40182号公報) 10 参照)。しかし、引火の恐れのさらなる低減や水性分散 液の安定性のさらなる向上が望まれている。

[0004]

【課題を解決するための手段】本発明者は、検討を続け た結果特定のグリコールエーテル系の水溶性有機溶媒を 含有する水系媒体中においても、引火の恐れや環境汚染 の心配がない水性分散性型の撥水撥油剤を得ることがで きることを見いだし本発明に至った。本発明は、この撥 水撥汕剤組成物、およびその製造方法にかかわる下記の 発明である。

【0005】ポリフルオロアルキル基含有ポリマーが、 グリコールエーテル系溶媒から選ばれた少なくとも 1 種 の水溶性有機溶媒を含有する水系媒体中に乳化分散され てなる撥水撥油剤組成物。

【0006】ポリフルオロアルキル基含有モノマーをあ るいはそれと共重合性コモノマーとをグリコールエーテ ル系溶媒から選ばれた少なくとも1種の水溶性有機溶媒 を含有する水系媒体中で乳化重合することを特徴とする ポリフルオロアルキル基含有ポリマーが水系媒体中に乳 化分散されてなる撥水撥油剤組成物の製造方法。

30 【0007】本発明におけるグリコールエーテル系溶媒 は、水と相溶性を有する有機溶媒であり、より好ましく は水と任意の割合で溶解しうるものである。グリコール エーテル系溶媒としてはこの性質を有している任意のも のが使用できるが、好ましくは炭素数4以下のグリコー ルあるいはその多量体の誘導体が適当である。多量体と しては、ジグリコールやトリグリコールなどの4量体以 下の多量体が適当である。より好ましい多量体は、2量 体である。

【0008】本発明におけるグリコールエーテル系溶媒 40 としては、2個の水酸基の少なくとも一方がアルキルエ ーテル化されている。他方の水酸基はフリーであっても よく、アルキルエーテル化されていてもよく、さらにア ルキルエステル化されていてもよい。そのアルキル基と しては炭素数4以下、特に2以下であることが好まし く、そのアシル基としては炭素数4以下のアシル基、特 にアセチル基であることが好ましい。

【0009】本発明における好ましいグリコールエーテ ル系溶媒は、エチレングリコール、ポリエチレングリコ ール、プロピレングリコールおよびポリプロピレングリ 50 コールから選ばれたグリコールのモノアルキルエーデ

ル、ジアルキルエーテル、あるいはモノアルキルエーテ ルモノアシルエステルである。より好ましいグリコール エーテル系溶媒は、エチレングリコール、ジエチレング リコール、プロピレングリコールおよびジプロピレング リコールから選ばれたグリコールのモノメチルエーテ ル、モノエチルエーテル、ジメチルエーテル、ジエチル エーテル、モノエチルモノメチルエーテル、モノメチル エーテルモノアセチルエステル、モノエチルエーテルモ ノアセチルエステルである。

【0010】また、さらに本発明におけるグリコールエ 10 量に限られるものではない。 ーテル系溶媒とともに水溶性のケトン系、エステル系、 あるいはグリコール系の水溶性有機溶媒等を併用しても よいが、かかる場合にはグリコールエーテル系溶媒との 合計に対しグリコールエーテル系溶媒の割合を70重量 %以上とすることが好ましい。

【〇〇11】好ましいグリコールエーテル系溶媒を含め 本発明におけるグリコールエーテル系溶媒としては、例 えば下記の溶媒があるが、これらに限られるものではな

【0012】エチレングリコールモノメチルエーテル、 エチレングリコールモノエチルエーテル、エチレングリ コールモノプロピルエーテルおよびそれらのアセテー ト。ジエチレングリコールモノメチルエーテル、ジエチ レングリコールモノエチルエーテル、ジエチレングリコ ールモノプロピルエーテル、およびそれらのアセテー ト。トリエチレングリコールモノメチルエーテル、トリ エチレングリコールモノエチルエーテル、トリエチレン グリコールモノプロピルエーテル、およびそれらのアセ

【0013】 プロピレングリコールモノメチルエーテ ル、プロピレングリコールモノエチルエーテル、プロピ レングリコールモノプロピルエーテル、およびそれらの アセテート。ジプロピレングリコールモノメチルエーテ ル、ジプロピレングリコールモノエチルエーテル、ジブ ロピレングリコールモノプロピルエーテル、およびそれ らのアセテート。トリプロピレングリコールモノメチル エーテル、トリプロピレングリコールモノエチルエーテ ル、およびそれらのアセテート。

【0014】 エチレングリコールジメチルエーテル、エ チレングリコールジエチルエーテル、ジエチレングリコ ールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジエチル エーテル、トリエチレングリコールジメチルエーテル、 トリエチレングリコールジエチルエーテル、プロピレン グリコールジメチルエーテル、プロピレングリコールジ エチルエーテル、ジプロピレングリコールジメチルエー テル、ジプロピレングリコールジエチルエーテル、トリ プロピレングリコールジメチルエーテル、トリプロピレ ングリコールジエチルエーテル。

【0015】本発明におけるグリコールエーテル系溶媒 の水に対する使用量は、特に限定されるものではない

が、水との合計に対し約50重量%以下が好ましい。こ の量が多すぎると可燃性の有機溶媒による火災などの危 険性が高まる。下限は約5重量%程度が好ましい。ただ し、これはこの水系媒体中でポリフルオロアルキル基含 有モノマー等を乳化重合してポリフルオロアルキル基含 有ポリマーの水性の乳濁液を製造する場合の重合媒体と

して使用するときの好ましい下限量であり、その後被処 型物を撥水撥油処理するために使用する処理液としては さらに水で希釈して使用することができるのでこの下限

【0016】ポリマーに撥水撥油性性能を与えるポリフ ルオロアルキル基としては、フッ素原子が結合した炭素 原子の数が2個以上、好ましくは4~18個、特に6~ 16個有するポリフルオロアルキル基であって、未置換 炭化水素基の水素原子に対する置換フッ素原子の数の割 合(置換率)は60%以上、特に80%以上が好まし い。特に下記のようなパーフルオロアルキル基部分を有 する直鎖状ポリフルオロアルキル基が好ましい。

【0017】特に、高い撥水撥油性を発揮しうるポリフ 20 ルオロアルキル基含有ポリマーとしては、ポリフルオロ アルキル基含有のアクリレートあるいはメタクリレート のポリマーやそれと他の共重合性コモノマーとのコポリ マーが適当である。なお、以下アクリレートとメタクリ レートを総称して (メタ) アクリレートといい、 (メ タ) アクリルアミド等においても同様である。ポリフル オロアルキル基含有の (メタ) アクリレートとしては、 2種以上併用してもよく、通常はポリフルオロアルキル 基の炭素数が異なる2種以上のポリフルオロアルキル基 含有(メタ)アクリレート混合物が使用される。

30 【0018】 このポリフルオロアルキル基含有 (メタ) アクリレートとしては、下記一般式(1)で表される含 フッ素モノマーが好ましい。この含フッ素モノマーはポ リフルオロアルキル基含有の含フッ緊モノマーとしてよ く知られている化合物が適当である。

[0019] $CH_z=CRCOO-A-R_r$ · · · (1)

(ただし、Rは水素原子あるいはメチル基、Aは2価の 結合基、R, は炭素数6~16のパーフルオロアルキル 抵を寂す。)

【0020】2価の結合基Aとしては、-R2-、-R2N(R8) 40 SO₂-、-R²N(R^a)CO- 、その他の2価の結合基が適当であ る。なお、R2 はアルキレン基、特に炭素数2~6のア ルキレン基、を表し、R® はアルキル基、特に炭素数4 以下のアルキル基を表す。R, は炭素数6~16のパー フルオロアルキル基を表し、このパーフルオロアルキル 悲は直鎖状あるいは末端部に分岐を有する分岐状のパー フルオロアルキル基が好ましい。好ましい具体的含フッ 絮モノマー(a)としては以下の化合物が例示される。

[0021] $Cll_2 = CllCOOC_2 ll_4 C_n F_{2n+1}$

Cll2=CllCOOCll2CnF2n+1

50 Cll2=CllCOOCalleCnF2n+1

 $CH_2=C(CH_8)COOC_2H_4C_nF_{2n+1}$ CH2=C(CH3)COOCH2CnF2n+1 CH2=C(CH3)COOCBHOCnF2n+1 CH2=CIICOOC2II4N(CII3)SO2CnF2n+1

 $[0\ 0\ 2\ 2\]\ Cll_2=CllCOOC_2ll_4N(C_8ll_7)SO_2C_nF_{2n+1}$

 $CH_2=C(CH_B)COOC_2H_4N(C_2H_B)SO_2C_0F_{2n+1}$

CH2=CHCOOC2H4CnF2n-1(CF8)2

Cll2=CllCOOCaHoCnF2n-1(CFa)2

 $CH_2 = C(CH_8) COOC_2H_4C_nF_{2n-1}(CF_8)_2$

CH2=CHCOOCH2CH(OH)CH2CnF2n-1(CFa)2

Cli2=CHCOOCH(OCOCH_a) Cli₂C_nF_{2n-1}(CF_a)₂

【0023】ポリフルオロアルキル基含有モノマーと共 重合しうる共重合性のモノマー(以下、共重合性コモノ マーという)としては種々のモノマーを使用しうる。こ の共重合性コモノマーは2種以上併用することができ る。共重合性コモノマーとしては、例えば、(メタ)ア クリレート類、ハロゲン化ピニル類、オレフィン類、 (メタ) アクリロニトリル類、 (メタ) アクリルアミド 類、不飽和ポリカルポン酸エステル、その他の広く使用 されているモノマーがある。好ましくは、(メタ)アク リレート類、(メタ)アクリルアミド類、塩化ピニル、 および、これらのうちのあるいはこれら以外の水酸基、 アミノ基、エポキシ基、重合性不飽和基等の種々の官能 基を有するモノマーや炭素数8以上の長鎖炭化水素基を 有するモノマーなどである。特に、官能基を有するモノ マーを共重合性コモノマーの一部として比較的少量(た とえば全モノマーに対して10重量%以下) 使用するこ とが好ましい。

【0024】 共重合性コモノマーとしては、具体的に は、例えば以下のモノマーがあるがこれらに限られるも のではない。

【0025】Nーメチロールアクリルアミド、Nーメチ ロールメタクリルアミド、グリシジルアクリレート、グ リシジルメタクリレート、アジリジニルアクリレート、 アジリジニルメタクリレート、ジアセトンアクリルアミ ド、ジアセトンメタクリルアミド、メチロール化ジアセ トンアクリルアミド、エチレンジアクリレート、エチレ ンジメタクリレート、ヒドロキシアルキルアクリレー ト、ヒドロキシアルキルメタクリレート、3-クロロー 2-ヒドロキシプロピルメタクリレート。

【0026】塩化ビニル、エチレン、酢酸ビニル、フッ 化ピニル、アクリルアミド、メタクリルアミド、スチレ ン、α-メチルスチレン、アクリル酸あるいはメタクリ ル酸のアルキルエステル、ペンジルアクリレートあるい はメタクリレート、ビニルアルキルエーテル、ハロゲン 化アルキルピニルエーテル、ピニルアルキルケトン、シ クロヘキシルアクリレートあるいはメタクリレート、無 水マレイン酸、ブタジエン、イソプレン、クロロプレー

重合性コモノマーとの共重合体においては、両者の合計 に対してポリフルオロアルキル基含有モノマーが40重 **量%以上、特に50~80重量%の割合のモノマー混合** 物を重合した重合体が好ましい。また使用する共重合性 コモノマーとしては、その60重量%以上は(メタ)ア クリレート類あるいは(メタ)アクリルアミド類である ことが好ましい。また、官能基を有するモノマーを、全 モノマーに対して通常は1~10重量%、特に2~5重 **量%程度使用することが適当である。なお、グリコール** 10 エーテル系溶媒を乳化重合時に使用する場合は、全モノ マーに対するグリコールエーテル系溶媒の割合は、10 ~200重量%、特に60~100重量%が適当であ

【0028】 乳化重合において使用する界面活性剤や重 合開始源については特に制限はなく、界面活性剤として 陰イオン性、陽イオン性、あるいは非イオン性の各種乳 化剤のほとんどすべてを使用でき、重合開始剤として有 機過酸化物、アソ化合物、過硫酸塩のような各種重合開 始剤、さらにはア線のような電離性放射線などが採用で 20 きる。

【0029】本発明の撥水撥油剤組成物は被処理物に対 しその種類により任意の方法で適用される。例えば、浸 瀆塗布法等のような被覆加工の既知の方法により、被処 **型物の表而に付着させ乾燥する方法を採用できる。ま** た、必要ならば適当なる架析剤と共に適用し、キュアリ ングを行ってもよい。さらに本発明の撥水撥油剤組成物 は、他の重合体をブレンダーとして混合してもよく、他 の撥水剤や撥油剤あるいは防虫剤、難燃剤、帯電防止 剤、染料安定剤、防シワ剤など添加剤を適宜添加して併 30 川することも勿論可能である。

【0030】本発明の撥水撥油剤組成物で処理されうる 被処理物は、特に限定なく種々の例を挙げることができ る。例えば、繊維製品、ガラス、紙、木、皮革、毛皮、 石綿、レンガ、セメント、金鳳およびその酸化物、窯業 製品、プラスチックなどがある。特に繊維製品の処理に 適しており、繊維製品としては、種々の繊維の組織物や 不織布などがある。繊維としては、綿、麻、羊毛、絹な どの助植物性天然繊維、ポリアミド、ポリエステル、ポ リピニルアルコール、ポリアクリロニトリル、ポリ塩化 40 ピニル、ポリプロピレンなどの種々の合成繊維、レーヨ ン、アセテートなどの半合成繊維、ガラス繊維、炭素繊 維、アスペスト繊維などの無機繊維、あるいはこれらの 混合繊維が挙げられる。

【0031】以下に実施例および比較例を挙げて本発明 を具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定さ れるものではない。

[0032]

【実施例】

[撥水性、撥油性の評価] 実施例および比較例において 【0027】ポリフルオロアルキル基含有モノマーと共 50 示される撥水性および撥油性については次の方法で測定

【表2】

した。

[0033] 撥水性については、JIS L-1092のスプレー 法による撥水性No. (下記表1)で表し、撥油性につ いては、試験溶液を試料布の上2カ所に数滴(径約4m m) 置き30秒後に布帛への浸透および吸収のない最高 のNo. (下記表2)をもってその撥油度とした(AA TCC-118-1966).

[0034]

【表1】

よいもの
A 4 1 U 42
歯温潤を示すもの
関を示すもの
ხთ
示すもの
温潤を示すもの

[0035]

撥油性 No.	試験溶液	表面張力(dyne /cm、25℃)
8	nーヘプタン	20.0
7	nーオクタン	21.8
6	nーデカン	23.5
5	nードデカン	25.0
4	nーテトラデカン	26.7
3	ローヘキサデカン	27.3
2	ヘキサデカン(3 5)とヌジ	29.6
	ョール (65) との混合溶液	
1	ヌジョール	31.2
0	1に及ばないもの	

【0036】 [実施例1] 攪拌機を装着したガラス製オ ートクレープ (内容積1リットル) 中にFA136g、 N-MAM4g、脱酸素した純水260g、DPGMM E140g、アソビスイソプチルアミジン二塩酸塩3. 2g、乳化剤A16g、および乳化剤B2gを入れ、窒 紫気流下に攪拌して充分乳化分散させた。次にVC16 Ogを圧入充塡し、反応容器の温度を徐々に上げ、攪拌 下に50℃で20時間共重合反応させた。その結果、固 形分濃度34.5重量%の半透明なラッテクスが得られ た。このラッテクスの引火点を測定したところ100℃ 以上であった。

【0037】上記原料の略号は以下の化合物を示す。ま た実施例2以下で使用した化合物の略号も示す。

[0038] $FA: CH_2=CHCOOCH_2CH_2C_kF_{2k+1}$ [k = 5~ 11、平均8]

N-MAM: N-メチロールアクリルアミド DPGMME: ジプロピレングリコールモノメチルエー

・テル

乳化剂A: Ciella10(Czll40) soll

40 乳化剂B: Cpll2p+1N*H(CH3)2·CHaCOO* [p=8~16、

平均13]

VC1:塩化ピニル

FMA: $CH_2=C(CH_0)COOCH_2CH_2C_kF_{2k+1}$ [$k=5\sim1.1$,

平均8]

StMA: Cll2=C(Cll8)C00C16lla7

StA: Cli2=CliCOOC18ll87

[0039] DOM: ジオクチルマレート

DMAA: Cli2=CliCON(Cli3)2 HEA: CH2=CHCOOC2H4OH

50 DEGMME: ジエチレングリコールモノメチルエーテ

ル

DPGMEE: ジプロピレングリコールモノエチルエー

テル

DGMMEA: プロピレングリコールモノメチルエーテ ルアセテート

DPG: ジプロピレングリコール

【0040】 [実施例2~4、比較例1~4] 実施例1 におけるモノマーの種類と有機溶媒の種類と使用量を変える以外は実施例1と同様に重合を行いラテックスを得た。また、同様の重合を本発明におけるもの以外の有機溶媒を使用するか有機溶媒を使用することなく行った。

それらの結果を実施例1とともに表3に示す。表中、コポリマーはコモノマーの種類と共重合割合(重量%)で表し、水と有機溶剤の割合は重量比で示す。

10

【0041】なお、比較例3は有機溶剤を使用せず、高 圧ホモジナイザーでモノマーを乳化分散して重合を行っ た例である。比較例4では重合後アセトンを留去した

(引火点はアセトン除去後の値)。また、比較例2では ラテックスの破壊が起こり良好なラテックスは得られな かった。

10 【0042】 【表3】

		コポリマー	有機溶媒 の種類	(水/有 機溶媒)	乳火点 (℃)
奥	1	FA/VC1/N-MAM =68/30/2	DPGMNB	130/70	>100
施	2	FA/DOM/VC1/DMAA =70/6/21/3	DECMME	150/50	>100
例	3	FMA/SIMA/HEA/DHAA =60/35/3/2	DPGMEE	140/60	>100
	4	FA/StA/HEA/N-NAN =55/40/2/3	PDMMUA	130/70	>100
比	1	FA/StA/IIEA/N-MAN =55/40/2/3	アセトン	130/70	13
較	2	FA/StA/HEA/N-NAM =55/40/2/3	水のみ	200/0	-
例	3	FA/StA/HBA/N-MAM =55/40/2/3	水のみ	200/0	>100
	4	FA/VCI/N-NAM =68/30/2	アセトン	130/70	>100
	5	FA/S1A/HEA/N-MAM =55/40/2/3	DPG	130/70	>100

【0043】 [性能試験] 実施例および比較例で得られたラテックスを水で希釈して濃度0.075重量%の乳潤液を調整した。ポリエステル布を試験布として使用し、各試験布をその乳潤液に2秒間浸漬し、2本のゴムローラーの間で布を絞って、ウェットピックアップを60重量%とした。次いで100℃で3分間乾燥、さらに175℃で1分間熱処理することにより撥水撥油処理した。得られた試験布の撥水撥油性能を表4に示す。衷中、ORは撥油性、WRは撥水性、DC-3はJISL-1092-322法によるドライクリーニング3回後の結果、HL-3はJIS L-0217-103法による洗潤3回後の結果を示している。なお、試験に用

いた乳潤液は、希釈前のラテックスを製造した実施例および比較例の番号で表す。

【0044】さらに、乳濁液の機械的な安定性を評価した。すなわち、実施例および比較例で得られたラテック40スをpH6の水道水で希釈し固形分0.5重量%の乳濁液とし、これをホモミキサーで2500rpmで10分間攪拌し、発生したスカムをポリエステル黒ドスキン布で濾過した。スカムが全くないものを5とし、スカム発生が著しいものを1として5段階評価した。この結果を表4に示す。

[0045] [波4]

12

						_			
				耐久性					
乳濁液		孔洞液 初期性能		DC-3		HL-3		安定性	
		OR	WR	OR	WR	OR	WR		
実	1	6	100	4	90	4	90	5	
施	2	6	100	4	90	4	90	4~5	
例	3	6	100	4	90	4	90	5	
	4	6	100	4	90	4	90	4~5	
比	1	6	100	4	90	4	90	4~5	
較	3	4	90	3	70	3	70	3	
例	4	6	100	4	90	4	90	2	
	5	6	100	4	80	4	70	4~5	

[0046]

【発明の効果】本発明の撥水撥油剤組成物は有機溶媒を 用することにより、このよ使用しても引火点が100℃以上で引火の恐れが少ない 20 組成物が容易に得られる。 安全なものであり、しかも乳化安定性が高く、撥水撥油

性能も優れている。特に、重合時に特定の有機溶媒を使 用することにより、このような優れた水系の撥水撥油剤) 組成物が容易に得られる。

フ	П	ン	トペ	٠ ١	O	113	æ

(51) Int.Cl. ⁵ C 0 8 L	33/14 71/02	識別記号 LJG LQE	庁内整型番号 7921-4J 9167-4J	FI		技術表示簡所
D06M	13/165 15/277			· .		
// D06M	23/10		7199-3B	D06M	21/00	Z